⑩ 日本国特許庁(JP)

①特許出關公開

⑩ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭61-9521

60Int Cl 4

識別記号

庁内勢理番号

@公開 昭和61年(1986)1月17日

C 21 D 8/12

8218-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

69発明の名称

表面性状の優れた高磁束密度、低鉄損一方向性けい素鋼板の製造方 泆

> ②特 願 昭59-129140

22出 願 昭59(1984)6月25日

79発 明 者 井 \Box 勿発 明 者 筋 Œ

征夫 成子 千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

勿発 明 者 H

千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内 千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

⑪出 願 人

中 智 夫 川崎製鉄株式会社

神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

73代 理 人 弁理士 杉村 暁秀

外1名

明 細

1. 発明の名称

表面性状の優れた高磁束密度、 低鉄損一方向性けい素鋼板の製 造 方 法

2. 特許請求の範囲

1 C 0.01 ~ 0.06 wt %,

Si 3.2 ~ 4.5 wt %,

Mn 0.050~0.2 wt%, を含みかつ、

Se 0.008 ~ 0.1 wt%.

Mo 0.003~0.1 wt%, および

Sb 0.005 ~ 0.1 wt %

を含有するけい素鋼スラブを加熱した後熱間 圧延を施して熱延板となし、次いでこの熱延 板を均一化焼鈍と中間焼餓を挟む2回以上の 冷延を施して最終製品厚の冷延板となしその 後、脱炭を兼ねた1次再結晶焼鈍を施し、さ ちに 段終仕上焼鈍を施して {110} <001> 方位の2次再結晶粒を発達させる一方向性け い紫鋼板の製造方法において、

前記スラブの表面層に Mo あるいは Mo 化合

物を機化させることを特徴とする表面性状の 優れた高磁東密度、低鉄損一方向性けい素鋼 板の製造方法。

8. 発明の詳細な説明

(技術分野)

高磁束密度、低鉄損の一方向性けい素鋼板の製 造に関連してこの明細書で述べる技術内容は、上 配性能に加えとくに表面性状の改善についての閉 発成果を提案するところにある。

(技術的背景)

一方向性けい素鋼板は主として変圧器、その他 の電気機器鉄芯として利用され、その磁化特性が 優れていること、すなわち鉄掛(W17/60で代数 される)の低いことが要求されている。

このためには、第一に鋼板中の2次再結晶粒の ぐ001>方位粒を圧延方向に高度に揃えることが 必要であり、第二には、最終製品の鋼中に存在す る不純物や析出物をできるだけ減少させる必要が ある。

これらの点の綿密な留意の下で製造される一方

向性けい素鋼板は今日まで多くの改善努力によってその鉄損値も年を追って改善され、最近では板厚 0.80 mm の製品で $W^{17}/_{50}$ の値が 1.05 $W/_{kg}$ 程度に低い鉄損値のものが製造されている。

しかし数年前のエネルギー危機を境にして魅力 損失のより少ない電気機器を求める傾向が一段と 強まり、それらの鉄芯材料としてさらに鉄損の低 い一方向性けい素鋼板の製造が要請されるように なつている。

(従来技術とその問題点)

ところで一方向性けい緊ਆ板の鉄損を下げるには、

- Si含有量を高める、
- 製品板厚を薄くする、
- 2次再結晶を細かくする、
- 不純物合有量を低減する、
- {110}<001>方位の2次再結晶粒をより 高度に揃える

など、主に冶金学的な手法が一般に知られているが、これらの手法は、現行の生産手段での限界値

に遂し、もはやそれ以上の改善は極めて難しく、 たとえ多少の改善が認められてもその努力の割に は鉄損改善の実効は僅かとなるような状況になつ て来ている。

これらの方法とは別に特公昭 5 4 - 2 8 6 4 7 号公報に開示されているように翻板表面に 2 次再結晶阻止領域を形成させることにより、 2 次再結晶粒を細粒化させることが提案されている。 しかしこの技術は 2 次再結晶粒径の制御が安定していないため、実用的とは言いがたい。

一方、特公昭 5 8 - 5 9 8 8 8 分公報には 2 次再結晶後の鋼板の表面にポールペン状小球によって 微小歪を導入することにより 磁区の幅を微細化し、鉄損を低減する技術、さらに特公昭 5 2 - 2 2 5 2 号公報には最終製品板表面に圧延方向とほぼ直角にしーザービームを数 間隔に照射し、鋼板表面に高低位密度領域を導入する 5 2 により磁区の 幅を 微細化し、この鉄損を低減する技術も続いて提案されている。そしてまた特別的 5 7 - 1 8 8 8 8 1 0 号公報では放電加工により鋼板表面に微小歪

を導入して磁区幅を微細化し、鉄損を低減する同様な技術が提案されている。

以上一般的な、そして最近の低鉄損一方向性けい 素鋼板の一連の開発動向について略述したように、 実用上問題なしとしない。

とくに最近では省エネの観点から通常の製品板 厚である 0.3 0、 0.3 5 m 厚の製品に加えて、 さ きに触れたような製品板厚の薄い 0.23 mm 厚、 又は 0.20 mm 厚の製品がさかんに使用されるようになってきているが、このような状況下において低鉄損一方向性けい素鋼板をさらに有効に製造するための開発研究は、素材成分から最終の被膜処理工程に至るまでの賭工程のすべてにつき根本的な再検討が必要となってきたのである。

この問題を解決するため発明者らは、さきに特

順昭 5 8 - 9 0 0 4 0 号明細書において 8.1 ~ 4.5 %の高けい素鋼中に 0.0 0 5 ~ 0.1 %の M 0 を添加し、 さらにこのけい素鋼スラブの加熱炉への 接入を 8 0 0 ℃以上の高温にすることにより、素鋼 板の製造方法を提案した。 この手法の採用により 高けい素鋼中の表面性状は大幅に改善されたが、まだスラブ加熱温度が高い場合において依然として 8 b 含有量が高い場合において依然として 製品の表面性状の劣化がしばしば起り、まだ大きな問題として残されている。

(発明の動機)

このような状況下において発明者らは、 8.2 %以上の高けい楽鋼中で製品の表面性状が良好な状況をいかに安定して作り出すことができるかについて数多くの試行実験を実施したところその結果 C 0.01~0.06%、 S1 8.2~4.5%、 Mn 0.050%を含みかつ、 Se 0.00%~0.1%、 Mo 0.00%~0.1%を含有するけい 紫鋼スラブの表面層に Mo あるいは Mo 化合物を

磁束密度、低鉄損一方向性けい素鋼板の製造方法である。

以下この発明を由来するに至つた実験結果に基づいて具体的に説明する。

C 0.041%, Si 3.00%, Mn 0.065%, Se 0.018% およびSb 0.025%を含有する鋼塊(A), C 0.040%, Si 3.00%, Mn 0.063%を含みSe 0.018% およびSb 0.025%

C 0.048%, Si 3.42%, Mn 0.072%を含みかつ Se 0.019%, Sb 0.028%を含有する 鋼塊(C) ならびは

を含有する鋼塊(B),

C 0.044%, Si 8.48%を含みSe 0.019%, MO 0.014%およびSb 0.028%を含有する鋼塊 (D)

機化させることにより表面性状が良好で、而も高 破束密度で低鉄損を有する一方向性けい素鋼板が 製造できることを見出し、この発明を完成するに 至つた。

(発明の構成)

この発明は、С 0.01~0.08%.

Si 8.2 ~ 4.5 % ,

Mn 0.0 5 0 ~ 0.2 %, を含みかつ、

Se 0.008 ~ 0.1%.

MO 0.008 ~ 0.1% および

Sb 0.005 ~ 0.1%

を含有するけい紫鋼スラブを加熱した後熱間圧延を施して熱延板となし、次いでこの熱延板を均一化焼鈍と中間焼鈍を挟む2回以上の冷延を施して最終製品厚の冷延板となしその後、脱炭を兼ねた1次再結晶焼鈍を施し、さらに最終仕上焼鈍を施して{110}<01>方位の2次再結晶粒を発達させる一方向性けい紫鋼板の製造方法において、

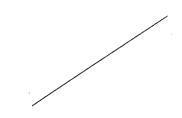
前記スラブの表面層に Mo あるいは Mo 化合物を 渡化させることを特徴とする表面性状の優れた高

これらのスラブは Ar ガス中で 1 8 5 0 ℃ , 1 時間加熱後熱間圧延を施して 2.7 糖厚とした。

その後900℃で3分間の均一化焼鈍後、950 ℃で3分間の中間焼鈍をはさんで2回の冷間圧延 を施して0.80 *** 厚の最終冷延板とした。

ついで湿水楽中 8 2 0 ° C で 5 分間の脱炭・1 次 再結晶焼鮪を施した後、鋼板表面に M 8 0 を主成分 とする焼鈍分離剤を強布してから、 A r ガス中 8 5 0 ° C で 5 0 時間の 2 次再結晶焼鈍および乾 H₂ 中 1 1 8 0 ° C で 5 時間の鈍化焼鈍を施した。

そのときの製品の磁気特性および表面性状を表 1 にまとめて示す。



柱状 ٥ 0 0 0 匾 梅 松鄉山 胀 W17/60 (多) 96.0 1.13 1.10 1.01 CaMoo 和 华 賊 £ 1.93 1.93 1.93 選 班 ◁ ٥ 0 × 層 4 (松布) ĦΚ W17/50 (W/bg) 1.00 1.02 1:11 和 数材 外部 (I) 1.93 丑 1.93 1,93 1.92 B 10 档 C: 0.044%, S1: 3.43%, Se: 0.019%, Mo: 0.014%, Sb: 0.023% 遊気帯性および表面性状 **革布の有無** Se: 0.018%, 裘 C: 0.043%, Si: 3.42%, G: 0.041%, Si: 3.00%, Mn: 0.065%, Se: 0.018%, Se: 0.019%, Sb: 0.025% Si: 8.00% 极分 Mn: 0.063%, Mn: 0.072%, : 0.040%, : 0.025% Sb: 0.023 % Sp .. 0 Ŧ <u>a</u>. 9 e **医院梅草**

表面性状良好 〇 表面性状若干悪い △ 表面性状名 ※ × 表 1 から供試スラブ (A) と (B) による通常 Si 最の製品の磁気特性 B10 は 1・9 2~ 1・9 3 T、鉄 撥 W 17/80 が 1・1 0~ 1・1 4 W/kg であつて 鋼中に M O を微量添加した供試スラブ (B) によるものの方が B10 , W 17/80 共に若干良く、一方 製品の表面性 状は表面強布しない (A) の試料において若干悪い が、鋼中に M O を微量添加した (B) の試料では 表 面強布有無にかかわらず製品の表面性状が良好で

これに対して表 1 中の供献スラブ (0) と (D) のように S1 最を増加させたとき製品の磁気特性 は、 B_{10} が $1.92 \sim 1.98$ Tで (A) 又は (B) の試料と同程度であるが、 $W_{17/50}$ の値は $0.98 \sim 1.02$ W/W で (A) 又は (B) の函試料にくらべてより良好であることが注目される。

なお (C) と (D) の試料比較では鍋中に M o を 微 量添加した (D) の試料の W 1.7/50 がより良好である。

さらに製品の表面性状は、実験条件から顕著に 異なることが注目される。すなわち(C)の試料で

製品の表面性状は表面に Mo 化合物を強布すると若 干改善されるが、強布しない場合には表面性状が 劣悪である。

これに対してスラブ (D) の鋼中に微量の Mo を添加したときの製品の表面性状は表面に Mo 化合物を強布するときわめて良好であるが、強布しない場合には表面性状が若干悪い。

第1図(a),(b) は衰1中の(D) の試料のスラブ表面に CaMoO₄ の希薄水溶液を兼布後1350 でで1時間加熱したときの表面のエレクトロン・ブローブ・マイクロアナライザーによる Fe, Mn, Si, O, S, Se, Sb, P, Mo, Caおよび Mg 各元素の線分析を行なつた結果の代表的な1例を示す。

第1図(a),(b)からわかるようにMoが検出される位置においてPそしてS,SeおよびSbが高く、逆にO,Fe,Si,Caが低くなつているのが注目される。

このエレクトロン・プローグ※・マイクロアナ ライザーによる線分析の結果からスラブ表面にMo 化合物を飲布した後スラブ加熱すると Mo が熱間せい化元素である P、 そして S, Se, および Sbを 渡化させて 表面近傍の結晶粒界を強化する作用があるためにスラブ加熱あるいは熱間圧延途中の 粒界ワレを有効に防止することが可能であり、 けい 紫鋼中の S1 最を増加させても製品の 表面 性状の改善が可能であることが確認された。

これにより先に発明者らは、特公昭 5 8 - 3 2 2 1 5 号公報において 後細な MnS あるいは Solute S をインヒビターとする 0・0 5 名以下の低 Mn を含有した一方向性けい 楽鋼においてスラブ表面あるいは 熱延板表面上に Mo 含有量を 濃化させる方法を既に開示している。

この製造方法は低 Mn 状態で微細な MnS あるいは SoluteS を鋼中に 微細分散させてインヒビターの増強を図ることにより 磁束密度の高い製品を作ることを図つたもので、その際表面側れやきず等の表面欠陥を多発させる原因となる硫化鉄(FeS)が数多く形成されるようになるが、少量の Mo により、鋼板表面あるいは表面近傍で硫化 Mo (お

そらく Mo₂ S₈)化合物の微細析出物を優先析出させることにより、表面欠陥の防止を狙つたものである。

これに対してこの発明では鉄損を低減させるために Si 量を増加させた場合において、 0.0 5 1 ~ 0.2 % の通常 Mn 含有量でかつ、インヒビター として Se 0.0 0 8 ~ 0.1 %、 Mo 0.0 0 8 ~ 0.1 % および Sb 0.0 0 5 ~ 0.1 %をともに複合添加しインヒビター作用を増強した素材を用いたスラブ表面上に、 Mo 化合物を塗布することにより 要面性状の改善を図つたものである。

したがつてこの発明を特公的 5 8 - 3 2 2 1 5 号公報と比較したとき、製品の磁気特性は B₁₀ が 1.9 8 T 程度で 同程度であるが、 \ \(\pi_1/60 \) が 0.1 0 ~ 0.1 2 \(\psi/\sigma\) とこの発明の方が 1.5 グレード程度 ち 極端に向上していることが注目される。

このような低鉄損の高級製品を製造するための手段としてこの発明は、スラブ表面上にMo化合物の強布により、同時に表面性状の改善を図ることに成功したものであり、当時の磁気特性レベル

から判断してこのような低鉄損を有する 高級製品の製造が可能であることは予想できなかったものである。

次にこの発明においてけい素鋼中の成分組成を 限定する理由を説明する。

Cは0.01 %未満では熱延中の粗大粒の細粒化が困難であり、また0.0 6 %をこえると脱炭工程において脱炭に時間がかかり経済的でないので、0.01 ~ 0.06 %の範囲にする必要がある。

Siはこの発明では低鉄損の製品を得るためにSi含有量を 8.2 %以上にする必要がある。 一方4.5 % より多いと冷処の際に脆性刺れを生じやすいため、Siは 8.2 ~ 4.5 % の 範囲にする必要がある。

MnはMnSeのインヒビターを微細分散させるための重要な元素であり、通常の製造工程においてはMnが 0.0 5 0 5 未満では表面欠陥の原因となるFeSe 又は SoluteS の量が多くなるので工業的に安定して使用できない。またMnが 0.2 5 をこえると、MnSe の析出物を解離・固溶させるため

・に高温スラブ加熱を必要とし経済的でなくなるので、Mnは 0.05~0.2 %以内にする必要がある。

Se は 0.0 0 8 8 未満では MnSe のインヒビター 抑制効果が弱く、一方 0.1 % より多いと熱問および冷間加工性が著しく劣化するので Se は 0.0 0 8 ~ 0.1 % の範囲内にする必要がある。

Moは 0.008 8 より少ないと 1 次再結晶粒の成長抑制効果が明らかでなく、一方 0.1 8 より多いと熱間および冷間加工性が低下し、また脱炭工程まで脱炭に時間がかかり経済的でないので、 Moは 0.008 8 ~ 0.18 の 範囲内にする必要がある。

Sbは 0.005 % より少ないとインヒビター抑制 効果が弱く、また 0.1 % より多いと熱間および冷 間加工性が著しく劣化するので Sb は 0.005 ~ 0.1 % の範囲内にする必要がある。

この発明によれば、上述の如くけい素鋼中に制限された C , Si , Mn , Se , Mo , Sb を制御する必要があるが、その他に通常けい繋鋼中に添加される公知のインヒビター Ad , B の何れか 1 種または 2 種以上を合計量で 0.08 % 以下を追加させて

もこの発明の効果を妨害するものではない。

その他一般的に Cr , Ti , V , Zr , Nb , Ta , Cu , Ni , Sn , P , As さらには S など、 不可避元素が微量含有されることも妨げない。

次にこの発明による一連の製造工程について説 明する。

この発明の素材を溶製するには LD 転炉、電気炉、平炉、その他公知の製鋼方法を用いて行い得ることは勿論、真空処理、真空溶解を併用することができる。また造塊手段も通常の鋳型に注入する手段のほかに連続鋳造も好適に行うことができる。

次に加熱前のスラブは表面に Mo を含む無機 化合物 (例えば Cu MoO4 , MoO8 , H₈ MoO₈ 等)を均一に塗布すればよい。

またスラブ表面に兼布する Mo 化合物の水溶液の濃度は $0.005\,^{mol}/_{L}$ 以上で、 弦布量は $0.5\sim20\,^{g}/_{m^2}$ 並布すれば良く、この釜布方法は 従来公知のいずれもの方法を用いてよい。このような 表面 繁布後スラブは $1.2.5.0\,^{\circ}$ 以上で加熱され、

特開昭61-9521(6)

鋼中のMnSeを解離・固溶した後熱間圧延が施され、通常2~5mm厚程度の熱延板とされる。

次に 無延板は 均一化焼鈍後に 冷延される。 冷延は 8 5 0 ~ 1 0 0 0 ℃ の中間焼 鈍をはさんで 2 回の冷間圧延を能して 0.18 ~ 0.8 5 mm 厚の 最終 冷 延板とするが、 通常は 0.8 mm 厚である。

最終冷延を終り、製品板厚となった鋼板は次の脱炭焼鈍に付される。この焼鈍は冷延組織を1次再結晶にすると同時に最終焼鈍で {110}<001>方位の2次再結晶粒を発達させる場合に有害なCを除去するのが目的で、例えば150℃から850℃で3分~15分程度の湿水紫中での焼鈍のように既に公知になつているどのような方法をも用いることができる。

最終焼鈍は {110} <001> 方位の2次再結晶粒を充分発達させるために施されるもので、通常箱焼鈍によつて直ちに1000℃以上に昇温し、その温度に保持することによつて行なわれる。この最終焼鈍は通常マグネシア等の焼鈍分離剤を強布し、箱焼鈍によつて施されるが、この発明にお

いて {110} <001> 方位に極度に揃つた 2 次再結晶粒を発達させるためには 8 2 0 ℃から 9 0 0 ℃の低温で保定焼鈍する方が有利であるが、あるいは例えば 0.5~15℃/hr の昇温速度 の 徐 熱 焼餓でもよい。

次にこの発明を実施例について説明する。 実施例 1

C 0.0 4 4 %、 Si 8.4 %、 Mn 0.7 2 % を含み、かつ Se 0.0 2 0 %、 Mo 0.0 2 0 % および Sb 0.0 2 5 %を含有する連縛スラブ表面上に Cr MoO₄ の水溶液(0.0 0 5 mol/l)を 2 9/m² 均一に 塗布した後1 3 8 0 °C で 1 時間加熱後、熱間圧延を施して 2.4 mm 厚の熱延板とした。

その後900℃で8分間の均一化焼鈍950℃で3分間の中間焼鈍をはさんで0.80㎜厚と0.28㎜厚の各最終冷延板とした。

その後820℃で3分間の避水素中での脱炭・1次再結晶焼鈍後網板表面にMgOを主成分とする焼鈍分離剤を強布した後、850℃で50時間の2次再結晶焼鈍および乾水繁中12000℃で5時

・間の鈍化焼鈍を施した。

そのときの製品の磁気特性および表面性状は次のようであつた。

0.80 mm 厚の製品: B₁₀ = 1.93 T、 W_{17/60}: 0.97 W/mg、表面性状は良好、

0.28 麻原の製品:B₁₀ = 1.90T、W_{17/80} = 0.85 W/mg、表面性状は良好、

実施例2

C 0.046%、Si 8.60%、Mn 0.076%を含みかつ Se 0.019%、Mo 0.018% および Sb 0.028%を含有する連鋳スラブ表面上に MoO₈の水溶液(0.01moℓ/ℓ)を59/m²均一に強布した後1850°C で2時間加熱後、熱間圧延を施して2.0mm厚の熱延板とした。

その後 9 0 0 ° で 3 分間の 均一化焼鈍後、 9 5 0 ° で 3 分間の中間焼鈍をはさんで 0.2 3 *** 厚の 最終 冷延板とした。

その後湿水素中で 800℃で 5分間の脱炭焼鈍後、 鋼板表面上に MgO を主成分とする焼鈍分離剤を強 布した後、850℃で 50時間の 2次再結晶焼鈍およ (そのときの製品の磁気特性および表面性状は次のとおりであつた。) よび乾水素中1200℃で 5時間の鈍化焼鈍を 施 し た。)

 $B_{10} = 1.90$ T 、 $W_{17/50} = 0.84$ W/m この製品の表面性状は良好であつた。

実施例8

B₁₀ = 1.89 T W_{19/80} = 0.76 W/kg 、この製品の表面性状はヘゲ、線ヘゲ等の欠陥は全くなく

良好であつた。

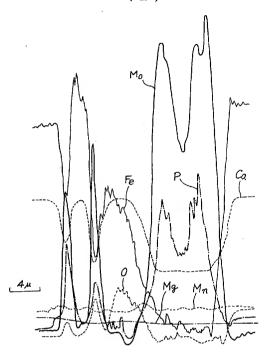
(発明の効果)

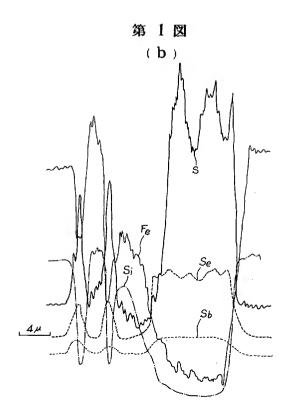
以上この発明によれば B₁₀ が 1.90 T 以上の 高磁東密度で、 鉄損が 0.80 mm で 1.00 W/kg 以下、 0.28 mm 厚で 0.90 W/kg 以下 および 0.20 mm 厚で 0.80 W/kg 以下の低鉄損で表面性状の優れた一方向性けい素鋼板を極めて安定して製造することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図はエレクトロン・プローブマイクロアナライザーによるけい素鋼スラブ表面近傍のFe, Mn,Si,O,S,Se,Sb,P,Mo,CaおよびMg元素の線分析を示す図である。







PAT-NO: JP361009521A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 61009521 A

TITLE: MANUFACTURE OF GRAIN

ORIENTED SILICON STEEL SHEET SUPERIOR IN SURFACE PROPERTY

AND HAVING HIGH MAGNETIC FLUX DENSITY, LOW IRON LOSS

PUBN-DATE: January 17, 1986

INVENTOR-INFORMATION:

NAME COUNTRY

IGUCHI, MASAO SUJITA, SHIGEKO TANAKA, TOMOO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME COUNTRY

KAWASAKI STEEL CORP N/A

APPL-NO: JP59129140

APPL-DATE: June 25, 1984

INT-CL (IPC): C21D008/12

US-CL-CURRENT: 148/113

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain extremely stably the titled grain oriented silicon steel by condensing Mo

(compound) to a silicon steel slab surface layer having a specified component compsn., then heating, hot rolling, cold rolling, next applying primary recrystallization treatment and final finishing annealing to said material.

CONSTITUTION: A silicon steel slab contq. by weight 0.01~0.06% C, 3.2~4.5% Si, 0.050~0.2% Mn, 0.008~0.1% Se, 0.003~0.1% Mo and 0.005~0.1% Sb is manufactured. Next, inorganic compound (e.g. CuMoO3, H2MoO3, etc.) contq. Mo is coated uniformly on the surface of the slab, said body is heated, then hot rolled to obtain the hot rolled plate having usually about 2~5mm thickness. Next the hot rolled plate is homogenizing annealed then cold rolled ≥2 times interposing intermediate annealing at 850~1,000°C to the final product thickness (usually 0.3mm thickness), then subjected to primary recrystallization annealing applied also as decarbonization, further subjected to the final finishing annealing. As the result, the grain oriented silicon steel sheet in which secondary recrystallized grain having [110]<001> orientation is developed is obtained.

COPYRIGHT: (C) 1986, JPO& Japio